

# T/HEBQIA

团 体 标 准

T/HEBQIA XXXX—XXXX

5, 6-二甲基苯并咪唑

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

河北省质量信息协会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由河北科硕化工有限公司提出。

本文件由河北省质量信息协会归口。

本文件起草单位：河北科硕化工有限公司、X X X X X X。

本文件主要起草人：X X X、X X X。

河北省质量信息协会

# 5, 6-二甲基苯并咪唑

## 1 范围

本文件规定了5, 6-二甲基苯并咪唑的外观、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以3, 4-二甲基苯胺为原料、用于维生素B<sub>12</sub>生产的5, 6-二甲基苯并咪唑。

分子式：C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>

相对分子质量：146.19（按2022年国际相对原子质量）

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则（GB/T 3723, idt ISO 3165:1976）

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 外观

白色或微黄色粉末。

## 5 技术要求

5, 6-二甲基苯并咪唑的技术要求应符合表1的规定。

表 1 技术要求

项目	指标
5, 6-二甲基苯并咪唑含量, %	≥98.0
水分, %	≤0.5
熔点, °C	202~208

## 6 试验方法

## 6.1 一般规定

6.1.1 在没有注明其他要求时，本文件所使用的试剂均为分析纯和色谱纯，所使用的水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

6.1.2 在没有注明其他要求时，本文件所使用的试剂及制品，均按 GB/T 603 中的规定制备。

## 6.2 外观

在自然光线下采用目视测定。

## 6.3 5,6-二甲基苯并咪唑含量

### 6.3.1 检测方法

采用高效液相色谱仪测定样品的纯度。

### 6.3.2 检测仪器

包括下列检测仪器及配件：

- a) 高效液相色谱仪，仪器试验要求应符合 GB/T 16631 中的相关规定；
- b) 色谱柱：长为 250 mm，内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 Inertsil ODS-35  $\mu\text{m}$ ；
- c) 色谱工作站或积分仪
- d) 进样器：微量进样器或自动进样器；
- e) 超声波发生器。

### 6.3.3 试剂

包括下列试剂：

- a) 色谱纯甲醇、色谱纯乙腈、一级水、分析纯高氯酸；
- b) 5,6-二甲基苯并咪唑样品。

### 6.3.4 色谱操作条件

色谱操作条件包括：

- a) 流动相：乙腈：水：高氯酸=30：70：0.01；
- b) 淋洗速度：0.8 mL/min；
- c) 检测波长：288 nm；
- d) 进样量：20  $\mu\text{L}$ 。

### 6.3.5 检测步骤

按下列步骤进行检测：

- a) 待测样品制备：称取待测样品 1.0 g（精确至 0.0001 g），用甲醇溶解后置于 100 mL 容量瓶中，
- b) 稀释至刻度备用；
- c) 开启色谱仪：待色谱仪各项操作条件稳定后，用微量进样器或自动进样器分别吸取标准样品溶液与待测样品溶液 20  $\mu\text{L}$  注入进样阀，待最后一个组分流完，用色谱工作站或积分仪进行
- e) 结果处理。

### 6.3.6 结果判定

进样 20  $\mu\text{L}$ ，保持采集时间至主峰保留时间的 3 倍。按照面积归一化法定量。

### 6.3.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为检测结果。两次平行测定结果的之差应不大于0.2%。

## 6.4 水分

### 6.4.1 检测方法

采用烘干法进行测定，将试样在（105±5）℃下干燥3 h。

### 6.4.2 检测仪器

包括下列检测仪器：

- a) 称量瓶：内径50 mm，高30 mm；
- b) 烘箱：控温精度±5℃；
- c) 干燥器：内盛适当的干燥剂。

### 6.4.3 检测步骤

按下列步骤进行检测：

- a) 取供试品2 g~5 g平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中，厚度不超过5 mm，疏松供试品不超过10 mm，精密称定；
- b) 开启瓶盖，在100℃~105℃干燥3 h；
- c) 将瓶盖盖好，移置干燥器中，放冷30 min，精密称定；
- d) 再在上述温度干燥1 h，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过5 mg为止。
- e) 根据减失的重量，计算供试品中含水量（%）。

### 6.4.4 结果计算

以质量百分数表示试样的干燥失重 $\omega_2$ ，按式（1）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\omega_2$ —试样干燥失重后的结果（%）；
  - $m_0$ —称取试样的质量（g）；
  - $m_1$ —干燥前称量瓶及试样的质量（g）；
  - $m_2$ —干燥后称量瓶及试样的质量（g）。
- 计算结果保留小数点后2位。

### 6.4.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为检测结果。两次平行测定结果的之差应不大于0.2%。

## 6.5 熔点

### 6.5.1 检测方法

采用自动熔点仪的熔点测定法。

### 6.5.2 检测仪器

自动熔点仪（测量范围：室温-300℃；最小示值0.1℃；升温速率：0.2℃/min，0.5℃/min，1℃/min，1.5℃/min，2℃/min，3℃/min，4℃/min，5℃/min；示值误差：≤200℃：±0.4℃；>200℃：±0.7℃；示值重复性：升温速率为1.0℃/min时，0.3℃；线性升温误差：±10%；校准方式：多点校准）。

熔点测定用毛细管（中性硬质玻璃管，长9 cm以上，内径0.9 mm~1.1 mm，壁厚0.10 mm~0.15 mm，一端熔封）。

### 6.5.3 检测步骤

按下列步骤进行检测：

a) 取供试品适量，研成细粉，采用105℃干燥法进行干燥。

b) 分取经干燥处理的供试品适量，置熔点测定用毛细管中，供试品在毛细管盛放约3 mm高；将自动熔点仪加热块加热至较规定的熔点低限约低10℃时，将装有供试品的毛细管插入加热块中，继续加热，调节升温速率为每分钟上升1.0℃~1.5℃，记录供试品在初熔至终熔时的温度，重复测定3次，取其平均值，结果保留两位小数。

## 7 检验规则

### 7.1 组批

在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过一天。

### 7.2 采样

采样按GB/T 3723、GB/T 6678和GB/T 6679的规定进行。所采样品总量不得少于50 g。将样品充分混匀后，等量分装于两个清洁、干燥的自封袋中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、规格、采样日期、采样地点和采样者，一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

### 7.3 出厂检验

7.3.1 每批产品出厂前均由生产厂检验部门按本文件进行检验合格后，附合格证方可出厂。

7.3.2 出厂检验项目为外观和技术要求中规定的全部项目。

### 7.4 型式检验

7.4.1 检验项目为本标准技术要求中规定的全部项目。

7.4.2 在正常生产的情况下，每年应至少进行一次型式检验。发生下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 确定品种时；
- b) 正式生产时，如原料、工艺有较大改变可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- d) 停产半年及以上，重新恢复生产时；
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

### 7.5 判定规则

如果检验结果中有一项指标不符合本文件的规定时，应重新自二倍量的包装中采样进行检验，重新检验的结果中即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品不合格。

## 8 标志、包装、运输和贮存

### 8.1 标志

5,6-二甲基苯并咪唑的包装应按GB/T 191中的有关规定涂印耐久、清晰的标志。标志内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂家名称、地址；
- c) 净重；
- d) 生产日期和有效期；
- e) 执行标准号；
- f) 批号。

### 8.2 包装

产品采用双层包装，外层为纸板桶、塑料桶、塑料编织袋或复合塑料编织袋包装，内衬用聚乙烯塑料薄膜袋密封。

### 8.3 运输

产品在运输过程中应有遮盖物、轻装轻卸，防止日晒、雨淋、受潮，不能与酸、碱及易氧化的有机物共运。

### 8.4 贮存

应贮存在阴凉、干燥处，不能与酸、碱及易氧化的有机物共贮。

---